

プロトン照射によるFe-Ni-Cr系合金のボイドスエリングに関する研究

著者	木本 高義
号	1034
発行年	1988
URL	http://hdl.handle.net/10097/11967

氏 名	木 本 高 義
授 与 学 位	工 学 博 士
学位授与年月日	平成元年 1 月 11 日
学位授与の根拠法規	学位規則第 5 条第 2 項
最 終 学 歴	昭 和 5 2 年 3 月 東北大学大学院理学研究科物理学第二専攻 前期 2 年の課程修了
学 位 論 文 題 目	プロトン照射による Fe - Ni - Cr 系合金の ボイドスエリングに関する研究
論 文 審 査 委 員	東北大学教授 茅野 秀夫 東北大学教授 平林 真 東北大学教授 阿部 勝憲

論 文 内 容 要 旨

核融合炉の第一壁材料および高速増殖炉の炉心材料では高速中性子の照射により種々の材料劣化が生ずる。このうちでも、ボイドスエリングと呼ばれる現象は金属材料の体積膨張を引き起こすため解決すべき重大な問題のひとつであり、ボイドスエリングの生じにくい材料の開発が重要課題となっている。本研究は核融合炉の第一壁材料および高速増殖炉の炉心材料として有力な候補合金であるオーステナイト Fe - Ni - Cr 系合金のボイドスエリングに関して検討を加えたものである。

本論文は 6 章から構成されている。すなわち、第 1 章を序論とし、第 2 章から第 5 章までは本研究で行った研究内容について述べ、第 6 章を総括とした。論文の前半（第 2 章および第 3 章）ではボイドスエリングに関する基礎的な研究を行うことをおもな目的とした。すなわち、Fe - Ni - Cr 系基本合金を用いてボイドスエリングにおよぼす種々の添加元素の効果を調べ、ボイドスエリングの抑制効果をもつ元素の添加についてはその原因を明らかにすることをおもな目的とした。さらに、論文の後半（第 4 章および第 5 章）では、前半で得られた基礎的知見に基づいて、耐スエリング性に優れた合金として最近特に注目されている Ti 添加によって改良された Fe - Ni - Cr 系実用合金のボイドスエリングにおよぼす析出物の効果を明らかにすることをおもな目的とした。

以下に、各章ごとにおもな内容を要約する。

第1章「序論」では、まず高速増殖炉および核融合炉における材料の面からの問題点を概観し、高速中性子照射による金属材料の種々の材料劣化のうちでも特にボイドスエリングに関して従来の研究を概説した。さらに、プロトン照射によりボイドスエリングの研究を行うことの利点を述べるとともに、本研究の目的および研究成果の概要について述べた。

第2章「Fe-Ni-Cr系基本合金のボイドスエリングにおよぼす各種添加元素の効果」では、オーステナイトFe-Ni-Cr系合金のボイドスエリングに関する基礎的知見を得るため、Fe-Ni-Cr系基本合金のボイドスエリングにおよぼす各種元素の単独添加の効果を調べることを目的とした。このため、0.02-0.06wt.%のCを含むFe-25Ni-15Cr合金に各種元素を単独添加した合金について、プロトン照射実験を行い、ボイドスエリングを比較した。その結果C, Si, Ti, ZrおよびMoの添加元素のうちではSi添加とTi添加がFe-Ni-Cr系基本合金のボイドスエリングを効果的に抑制することが明らかとなった。中性子照射においてもFe-Ni-Cr系合金のボイドスエリングにおよぼす添加元素の影響に関して本章のプロトン照射実験と同様な実験結果が報告されていることから、プロトン照射実験によるシミュレーション照射実験がFe-Ni-Cr系合金のボイドスエリング特性の相対評価に有効であることが示された。また、微細なMC型析出物によりFe-Ni-Cr系基本合金のボイドスエリングが抑制されることを示す実験結果も得られた。

第3章「Si及びTi添加によるFe-Ni-Cr系基本合金のボイドスエリング抑制効果」では、第2章の結果を受けて、Siの単独添加およびTiの単独添加によりFe-Ni-Cr系基本合金のボイドスエリングが抑制される原因を明らかにするとともに、Fe-Ni-Cr系基本合金のボイドスエリングにおよぼすSiとTiの複合添加の効果を調べることをおもな目的とした。

まず、Fe-25Ni-15Cr-C合金（基本合金）とFe-25Ni-15Cr-0.97Si-0.03C合金の溶体化材について、ボイドスエリングとマイクロ組織の照射温度依存性を比較し考察を加えた結果、固溶状態にあるSi原子がFe-Ni-Cr系基本合金のボイドスエリングを抑制する効果のあることが明らかになった。また、照射深さ方向の組成分析を行った結果、照射によって飛程近傍領域ではNi量が減少しCr量が増加するため、この飛程近傍領域を避けてデータを取得する必要があることも明らかとなった。

次に、Fe-25Ni-15Cr-XTi-0.02C (X=0, 0.25, 0.95)合金について、照射前に923-973 Kの温度で最長28.8Ms (8000時間)の時効を行ってマイクロ組織を変化させた後プロトン照射実験を行い、ボイドスエリングと析出物等のマイクロ組織との関係を調べ検討を加えた。0.95wt.%のTiを添加した合金に関して得られた実験結果から固溶Ti量が約0.36wt.%以上ある場合には固溶Tiによりボイドスエリングが抑制されることが明らかになった。また、Tiの添加量が約0.25wt.%と少ない合金では、微細なMC型析出物によりボイドスエリングが抑制されることが明らかになった。

最後に、Fe-25Ni-15Cr-0.23Ti-0.97Si-0.07C合金、Fe-25Ni-15Cr-0.24Ti-0.06C合金およびFe-25Ni-15Cr-0.19Ti-0.10Nb-0.08C合金についてボイドスエリング

の照射量依存性を比較・検討した。その結果、Si と Ti を複合添加した合金では、単に Ti のみを添加した合金や Nb と Ti を複合添加した合金に比べてボイドスエリングが著しく小さいこと、Si には微細な MC 型析出物がボイドスエリングを抑制する効果のあることを示す実験結果も得られた。

第 4 章「添加改良型 Fe - Ni - Cr 系実用合金のボイドスエリングにおよぼす析出物の効果」では、第 2 章および第 3 章の基本合金に関して得られた研究成果に基づき、種々の Ti 添加改良型オーステナイト Fe - Ni - Cr 系実用合金のボイドスエリングにおよぼす析出物の効果を明らかにするとともに、比較材として選んだ Ti の添加量が極めて少ない実用合金である 316 ステンレス鋼のボイドスエリングとも比較・検討することを目的とした。

まず、316 ステンレス鋼 (Fe - 11.5Ni - 17.5Cr - 0.05C - 2.23Mo - 0.008Ti - 0.70Si - 1.55Mn - 0.028P - ...) の溶体化材について、ボイドスエリングの照射温度依存性を調べた。その結果、粒界上の $M_{23}C_6$ の析出がボイドスエリングの温度依存性に影響をおよぼすことを明らかにするとともに、従来報告されている中性子照射した 316 ステンレス鋼に関するデータとの比較から、プロトンの 1 dpa が中性子照射の約 20 dpa のボイドスエリングを生ずる効果をもつことが明らかになった。

次に、3 種類の Ti 添加改良型オーステナイト Fe - Ni - Cr 系実用合金、すなわち合金 1 (Fe - 14.0Ni - 16.2Cr - 0.07C - 2.44Mo - 0.10Ti - 0.10Nb - 0.92Si - 1.78Mn - 0.028P - 0.017Al - ...), 合金 2 (Fe - 13.7Ni - 15.1Cr - 0.06C - 2.62Mo - 0.24Ti - 1.02Si - 1.63Mn - 0.028P - 0.024Al - ...) および合金 3 (Fe - 25.0Ni - 14.8Cr - 0.06C - 2.44Mo - 0.38Ti - 1.02Si - 1.61Mn - 0.026P - 0.026Al - ...) についてボイドスエリングと析出挙動を調べた。その結果、これらの Ti 添加改良型 Fe - Ni - Cr 系実用合金が 316 ステンレス鋼に比べて著しく小さいスエリング量を示すことが明らかとなり、そのおもな原因が微細な MC 型析出物によるボイドスエリング抑制効果によることが明らかとなった。また、粗大な ϵ 相 (M_6C) の析出によってスエリング量が増加することも示された。

第 5 章「Ti 添加により改良された核融合炉第一壁用候補合金における微細な MC 型析出物によるボイドスエリング抑制効果」では、316 ステンレス鋼を Ti 添加等によって改良することによりわが国で開発された核融合炉第一壁用候補合金 (Primary Candidate Alloy 略称: PCA) にプロトン照射実験を行い、微細な MC 型析出物によるボイドスエリングの抑制効果に関して詳細な検討を加えることをおもな目的とした。

このためまず、PCA 合金 (Fe - 16.2Ni - 14.6Cr - 0.06C - 0.24Ti - 2.37Mo - 0.53Si - 1.79Mn - 0.027P - 0.009S - ...) のボイドスエリングの照射温度依存性と照射量依存性におよぼすミクロ組織の影響を詳細に調べて考察を加えた。その結果、微細な MC 型析出物の点欠陥に対する単位体積当りの全シンク強度が転位のそれと同じ程度の大きさになる場合に、微細な MC 型析出物によるボイドスエリングの抑制が効果的になることが明らかになった。しかしながら、微細な MC 型析出物が照射下では必ずしも安定には存在し得ないことが問題点として残された。

そこで、微細なMC型析出物の照射下での安定性ははじき出し速度に依存する可能性があると考え、PCA合金の溶体化材と10%の加工材について、823Kで20dpaまで、約13倍異なるはじき出し速度でプロトン照射し、ボイドスエリングと微細なMC型析出物の照射下での相安定性におよぼすはじき出し速度の影響を調べた。図に示されるように、溶体化材(SA)、加工材(CW)ともに、はじき出し速度が遅いと、スエリング量は小さく、微細なMC型析出物の量は多くなって点欠陥に対する全シンク強度も大きくなることが明らかとなった。したがって、はじき出し速度が遅くなると、微細なMC型析出物は照射下で安定に存在し、微細なMC型析出物によるボイドスエリングの抑制効果が増大することが結論された。

第6章「総括」では、本研究の内容を章ごとに要約し、本研究で得られた成果を述べ、金属材料の照射損傷の研究において果たした意義を示した。

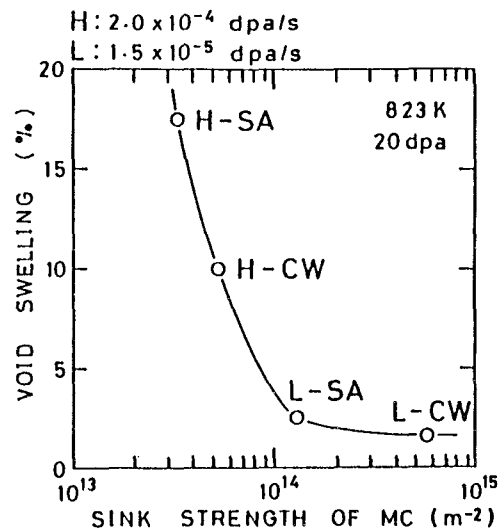


図 異なるはじき出し速度で照射したPCA合金における微細なMC型析出物の単位体積当りの全シンク強度とスエリング量との関係

審 査 結 果 の 要 旨

核融合炉の第一壁材料等では高速中性子の照射によって生ずるボイドスエリングは金属材料の体積膨張を引き起こすため、重大な問題となっている。本研究は、耐ボイドスエリング性にすぐれた Fe-Ni-Cr 系合金を開発するために、加速器を用いて200keVのプロトンを種々の本系合金に照射した後電子顕微鏡による組織観察を行ない、ボイドスエリングと添加元素および析出物との関係を定量的に明確にすることを目的としている。本論文はこれらの研究成果をまとめたもので、全編6章よりなる。

第1章は序論である。

第2章では、Si, Ti, Zr および Mo を 0.24-2.99wt. % 添加した Fe-25Ni-15Cr-0.02C 合金において、特に Si と Ti の添加がボイドスエリングを抑制する効果のあることをマイクロ組織を詳細に検討することによって初めて明らかにしている。

第3章では、前記の合金について、固溶 Si と固溶 Ti がボイドスエリングを抑制する効果をもつことを詳細な組織観察によって実験的に明らかにしている。また、Ti を約 0.25wt. % 添加した合金では20nm以下の直径をもつ微細な TiC 析出物がボイドスエリングを抑制する効果をもつことを明らかにするとともに、Si と Ti の複合添加によってボイドスエリングが著しく抑制されることも見いだしている。

第4章では、Ti を 0.10-0.38wt. % 添加すること等によって改良を加えた3種類の Fe-Ni-Cr 系実用合金がきわめて耐ボイドスエリング性にすぐれた合金であることのおもな原因が、微細な MC 型析出物のボイドスエリング抑制効果によることを初めて明確にしている。

第5章では、最近開発された0.24wt. %Ti 添加の核融合炉第一壁用候補合金に関してプロトン照射後の組織観察を詳細に行なって定量的な考察を加えている。その結果、はじき出し速度が遅くなるほど微細な MC 型析出物の単位体積当りの全シンク強度が大きくなって微細な MC 型析出物がボイドスエリングを抑制することを明らかにするとともに、点欠陥に対する単位体積当りの全シンク強度が転位のそれとほぼ同程度の大きさをもつ場合に微細な MC 型析出物がボイドスエリングを効果的に抑制するという注目すべき知見を得ている。この結果は耐ボイドスエリング特性にすぐれた合金を開発するうえで新しい指針を与えるものである。

第6章は総括である。

以上要するに本論文は、Fe-Ni-Cr 系合金のボイドスエリングにおよぼす添加元素と析出物の効果を調べ、核融合炉材料等の開発にとって貴重な基礎的知見を得ることに成功しており、原子核工学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は工学博士の学位論文として合格と認める。